

①⑨ RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
—
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
—
PARIS
—

①① N° de publication :
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

2 554 114

②① N° d'enregistrement national :

83 17600

⑤① Int Cl^a : C 08 L 23/16, 23/28; C 08 K 7/02; F 02 K 9/38.

①②

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②② Date de dépôt : 28 octobre 1983.

③① Priorité :

⑦① Demandeur(s) : *Société de droit américain dite : « HER-
CULES INCORPORATED » — US.*

⑦② Inventeur(s) : Liles Gail Herring.

④③ Date de la mise à disposition du public de la
demande : BOPI « Brevets » n° 18 du 3 mai 1985.

⑥① Références à d'autres documents nationaux appa-
rentés :

⑦③ Titulaire(s) :

⑦④ Mandataire(s) : Cabinet Germain et Maureau.

⑤④ Matériaux d'isolation élastomères exempts d'amiante pour les parois internes des moteurs-fusées.

⑤⑦ Les matériaux d'isolation exempts d'amiante renferment 100 parties en poids d'un polymère élastomère réticulé et entre environ 10 et 100 (de préférence entre 15 et 75) parties en poids de fibres organiques choisies parmi les flocons de coton, le sisal et une combinaison de ces deux fibres. Ces matériaux présentent une résistance appréciable à l'érosion et peuvent être étudiés pour présenter des propriétés thermiques, mécaniques ou autres désirées. Les fibres organiques jouent un rôle de charge de faible densité carbonisable. D'autres ingrédients tels que la silice, une résine phénolique, du polybutadiène etc., améliorent les propriétés utiles des matériaux d'isolation.

FR 2 554 114 - A1

MATERIAUX D'ISOLATION ELASTOMERES EXEMPTS D'AMIANTE
POUR LES PAROIS INTERNES DES MOTEURS-FUSEES

La présente invention concerne des matériaux d'isolation élastomères exempts d'amiante spécialement conçus pour isoler les parois internes des moteurs-fusées des produits chauds et gazeux de combustion émis par le propergol. Elle concerne plus particulièrement les matériaux d'isolation de ce type qui renferment, comme charge de faible densité, des fibres organiques carbonisables.

Les exigences posées par l'isolation satisfaisante d'un moteur-fusée dépendent du flux de masse dans la surface d'application et de la durée de combustion du moteur-fusée. On a utilisé pendant longtemps, pour satisfaire à ces exigences dans les moteurs-fusées, des matériaux d'isolation élastomères contenant de l'amiante. Il est pourtant très désirable d'éviter les effets annexes hautement toxiques exercés sur l'environnement lors de l'emploi de l'amiante.

Le brevet européen 0020.273 décrit un bouclier thermique élastomère à base de silice, exempt d'amiante. Outre la silice, la charge (50 à 150 parties en poids pour 100 parties d'élastomère) contient jusqu'à 15 parties en poids de fibres de polyamide aromatique. Du fait du coût relativement élevé de ces fibres, on ressent toujours le besoin d'une charge qui contienne des fibres organiques moins coûteuses et puisse être utilisée sans ces teneurs relativement élevées en silice.

Le matériau d'isolation élastomère exempt d'amiante pour moteurs-fusées selon l'invention, qui contient un polymère élastomère réticulé et des fibres organiques carbonisables est caractérisé en ce que les fibres organiques sont des flocons de coton, du sisal ou une combinaison de flocons de coton et de sisal, et en ce que la teneur en fibres organiques se situe entre environ 10 et environ 100 parties en poids pour 100 parties en poids d'élastomère.

Les flocons de coton sont des fibres courtes de coton obtenues par déchiquetage de tissus de coton. Ils peuvent provenir des industries du textile et de la confection. On obtient des flocons de coton de faible qualité en partant de tissus usagés. Le sisal est une fibre dure provenant de plantes de la famille des Amaryllidacées.

Le matériau d'isolation élastomère selon l'invention

contient de préférence entre environ 15 et 75 parties en poids de fibres organiques carbonisables pour 100 parties d'élastomère réticulable.

Les flocons de coton constituent les fibres organiques carbonisables préférées. Selon l'invention, la densité des flocons de coton se situe de préférence entre environ 1,5 et 1,7 g par centimètre cube avec des dimensions nominales de maille allant de 1,8 mm à 75 μ m. Les diamètres des fibres se situent de préférence entre environ 15 et 20 microns, et l'on préfère utiliser des fibres blanches ou non teintées.

L'utilisation de flocons de coton dans les matériaux d'isolation selon l'invention conduit à des matériaux présentant une résistance à l'érosion appréciable et dans certains cas supérieure à celle de matériaux d'isolation élastomères analogues renfermant de l'amiante.

Par exemple, la vitesse d'érosion peut être aussi faible que 0,4572 mm/sec à des vitesses d'écoulement de 0,1067 bars/sec comparativement à 0,7112 mm/sec pour les matériaux contenant de l'amiante à cette vitesse d'écoulement.

Pour la commodité, l'expression "pour cent en poids du polymère élastomère" sera par la suite résumée par "phr".

On utilise également de préférence une charge minérale dans les matériaux d'isolation selon l'invention. Un exemple typique de charge minérale est la silice, à une teneur se situant entre environ 5 et 80 phr et de préférence entre environ 10 et 50 phr. On peut aussi employer d'autres charges minérales bien connues ; une de celles que l'on préfère est l'oxyde d'antimoine que l'on peut utiliser comme retardateur d'inflammation pour les matériaux d'isolation selon l'invention. L'oxyde d'antimoine est utilisé de préférence à une teneur se situant entre environ 5 et 60 phr, et de façon encore plus préférentielle entre environ 10 et 35 phr.

Parmi les polymères élastomères réticulables convenant à l'invention, on peut citer les polymères à base de monomère éthylène propylène diène (EPDM) et les polymères de polyéthylène chlorosulfonés ; on trouve ces deux polymères dans le commerce. L'invention n'est pourtant limitée en aucune façon à un élastomère

particulier, mais il faut qu'il soit réticulable.

Les polymères chlorosulfonés utilisés selon l'invention sont de préférence polymérisés par un système de polymérisation amidon/magnésie. L'amidon agit avantageusement dans ce système comme agent
 5 de refroidissement en ce qu'il se décompose en eau qui a une chaleur élevée de vaporisation. On utilise de préférence entre environ 10 et 150 phr d'amidon avec les polyéthylènes chlorosulfonés et de façon encore plus préférentielle entre environ 20 et 60 phr.

Dans ces modes de réalisation, on utilise l'oxyde de magnésium entre environ 1 et 15 phr et de préférence entre environ
 10 1 et 10 phr.

Outre le système ^{de} polymérisation amidon/magnésie, on utilise de préférence, avec les polymères polyéthylènes chlorosulfonés, un accélérateur. Les accélérateurs au soufre sont préférés. Comme
 15 exemple disponible commercialement, on peut donner le TETRONE A de Dupont. L'accélérateur est normalement utilisé à des teneurs se situant entre environ 0,5 et 5 phr.

On préfère les polymères EPDM ayant les propriétés suivantes :

	Densité, g/cc	0,85 à 0,865
20	Mooney, ML-4 @ 100°C	25 à 60
	Point de fragilité, °C	- 68°
	Dureté, shore A	30 à 90
	Résistance à la traction	34.45 bars à
	(gum-stock)	68,948 bars.

25 Les polymères EPDM spécifiques adaptés sont ceux commercialisés sous les appellations Hypalon LD-999 par Dupont, Nordel (R) par Dupont, Royalène (R) 100, par Uniroyal, Epsyn (R) 4506 par Copolymère et Vistalon (R) 2504 par Exxon.

Le polymère EPDM est polymérisé de préférence avec un peroxyde
 30 tel que le peroxyde de dicumyle ou un composé t-butyl peroxy. Les composés sont employés avec l'EPDM à une teneur se situant entre environ 0,5 et 5 phr.

Outre les fibres organiques et les particules minérales, les matériaux d'isolation peuvent renfermer d'autres additifs organiques
 35 pour améliorer les propriétés d'isolation. On peut par exemple utiliser des composés organiques chlorés retardateurs d'inflammation avec de l'oxyde d'antimoine ou de l'alumine hydratée pour

améliorer encore la résistance à l'inflammation des matériaux d'isolation EPDM.

Les hydrocarbures chlorés tels que le Dechlorane (R) sont efficaces dans ce but. Le retardateur d'inflammation est utilisé à des concentrations entre environ 10 et 80 phr et de préférence entre 15 et 65 phr.

Le polybutadiène liquide est un autre matériau organique qui est utilisé de façon adaptée dans les matériaux élastomères selon l'invention. Le polybutadiène liquide peut augmenter la résistance à l'érosion aussi bien que réduire la raideur dans les matériaux d'isolation EPDM selon l'invention. La teneur typique de polybutadiène liquide est d'environ 1 à 50 phr et de préférence de 5 à 90 phr. On peut citer comme exemple de polybutadiène liquide le Butarez NF de Phillips Petroleum.

On peut de plus utiliser des produits particuliers organiques tels que ceux dérivés des résines phénoliques en remplacement de tout ou partie de la silice afin de limiter la visibilité des produits de combustion de l'isolant ; la résine phénolique particulière est employée à des doses entre environ 30 et 150 phr pour augmenter la formation de noir animal et améliorer la résistance à l'érosion, particulièrement dans les matériaux d'isolation à base de polyéthylène chlorosulfoné selon l'invention. Comme exemple de résines phénoliques, on peut citer le produit Résinox (R) de Monsanto.

Les matériaux d'isolation élastomères selon l'invention peuvent être souples ou rigides et le niveau particulier peut être réglé pour modifier le module selon les exigences des applications particulières.

Dans la présente description l'expression "isolation des parois du moule" se réfère au matériau lié à la paroi interne du moule du moteur-fusée pour le protéger des produits de combustion chauds produits par ce moteur. Pour des applications de ce type, les compositions A, B, C, D du Tableau V constituent des exemples de matériaux adaptés selon l'invention.

L'expression "isolation du conduit de soufflage" se réfère au matériau utilisé pour protéger la paroi interne du conduit de soufflage d'une fusée, c'est-à-dire le conduit qui transporte les

produits de combustion à la tuyère de la fusée, si la tuyère n'est pas reliée directement au moteur-fusée. Le revêtement du conduit de soufflage protège ce conduit des gaz de combustion chauds du moteur-fusée. La composition C du TABLEAU V est un exemple de matériau
 5 adapté selon l'invention pour le doublage des conduits de soufflage.

Les Tableaux A, B et C ci-après donnent des exemples de formulations de matériaux isolants selon l'invention.

On peut avantageusement choisir des isolants élastomères polymérisés spécifiques pour arriver à une résistance à l'érosion
 10 élevée qui soit comparable ou supérieure à leurs analogues renfermant de l'amiante, ainsi que pour avoir les propriétés thermiques et mécaniques désirées ainsi que la capacité de liage aux propergols standards et aux agents de liage.

15

TABLEAU A

<u>Ingrédients</u>	<u>Parties en poids</u>
Polyéthylène chlorosulfoné	100
Amidon	30-50
Magnésie	1-10
20 Résine phénolique	80-120
Flocons de coton	30-50
Accélérateur	0,5-5

Les matériaux d'isolation de ce mode de réalisation A ont une résistance à l'érosion supérieure.

25

TABLEAU B

<u>Ingrédients</u>	<u>Parties en poids</u>
Polyéthylène chlorosulfoné	100
Oxyde de magnésium	1-10
Accélérateur	0,5-5
30 Flocons de coton	30-80
Amidon	30-50
Silice hydratée	10-30

Les matériaux d'isolation de ce mode de réalisation B ont une bonne résistance à l'érosion et, de façon avantageuse,
 35 n'adsorbent pas de quantités significatives de plastifiant de faible polarité à partir des propergols les contenant.

TABLEAU C

	<u>Ingrédients</u>	<u>Parties en poids</u>
	EPDM	100
	Agent de réticulation	1-5
5	Produit organique retardateur d'inflammation	20-60
	Produit minéral retardateur d'inflammation	10-40
	Flocons de coton	10-60
	Polybutadiène liquide	0-15

Les isolants selon ce mode de réalisation C sont spécialement adaptés à l'isolation des parois du moule ou du conduit de soufflage en raison de leurs propriétés physiques et thermiques et de leur aptitude à retarder l'inflammation.

TABLEAU D

	<u>Ingrédients</u>	<u>Parties en poids</u>
15	EPDM	100
	Agent de réticulation	1-5
	Flocons de coton	20-80
	Silice hydratée	10-30

Les isolants de ce mode de réalisation D selon l'invention sont de préférence employés comme isolants de faible densité ayant d'excellentes propriétés mécaniques, thermiques et de résistance à l'abrasion aussi bien que de résistance d'assemblage.

La confection des précurseurs des matériaux d'isolation selon l'invention se fait à des températures inférieures aux températures de polymérisation de l'élastomère et permet des pertes en ingrédients.

Normalement ces températures sont inférieures à environ 121°C pour les EPDM et inférieures à environ 93.3°C ou même 65,6°C pour les composés de polyéthylène chloré. On peut préparer les compositions dans des installations classiques de mélange et de broyage.

Le matériau d'isolation selon l'invention peut être appliqué à des moules de moteur en entourant des feuilles calandrées de l'isolant autour d'un mandrin gonflable appelé "mandrin vessie". Le mandrin est ensuite inséré dans le moule et gonflé pour placer en force l'isolant contre ce moule où il est consolidé sous pression.

L'assemblage, avec le mandrin gonflé, est alors placé dans un four où l'isolant est polymérisé. On utilise communément des températures de four de 149°C à 177°C. Dans le cas d'EPDM polymérisé avec du peroxyde, il faut habituellement une température minimum d'environ 154°C. Une fois l'isolant polymérisé, le mandrin est enlevé, et l'on dispose d'un moule isolé. Il peut être avantageux d'utiliser des "couches primaires" sur un moule métallique pour améliorer la liaison de l'isolant élastomère. On peut utiliser des couches primaires telles que le Chemlok 233 ou une combinaison des Chemloks 205 et 234 B (produits de Hughson Division de Lord Corporation).

Alternativement à l'utilisation de la technique de mandrin gonflable décrit ci-avant, l'isolant peut être moulé en filières métalliques pour une liaison ultérieure au moule du moteur-fusée.

De plus, les formules d'isolation peuvent être adaptées à un processus qui utilise un format ruban pour l'isolation de moteurs-fusées de précision.

Les exemples suivants illustreront bien les différents aspects de l'invention, sans toutefois en limiter la portée, mais bien en en démontrant les différents aspects pratiques.

Exemple 1

La formulation suivante (Tableau I) et les procédés conviennent à l'obtention d'un matériau élastomère d'isolation selon l'invention. Ce matériau est destiné à l'isolation des moules.

TABLEAU I

<u>Composants</u>	<u>Ingrédients</u>	<u>Phr</u>	<u>Poids %</u>
1	Polyéthylène chlorosulfoné(a)	100	45,87
2	Oxyde de magnésium (b)	6,0	2,75
3	Hexasulfure de dipentaméthylène de thiurum (c)	2,0	0,92
4	Flocons de coton (d)	50,0	22,94
5	Amidon de maïs (e)	40,0	18,35
6	Silice hydratée (f)	20,0	9,17

(a) Hypalon LD-999, E.I. Dupont

(b) Poudre activée, C.P. Hall Co.

(c) Tétron A de E. I. Dupont

(d) Grade 4128 de Danberg Chemical Co.

(e) American Maize Products Co.

(f) HiSil 233 de PPG Industries. Inc.

Un premier lot d'isolant est composé à partir des composés du Tableau I sur broyeur à rouleaux refroidi (Farrel Differential Roll Mill) comme suit à des températures inférieures à 23,3 °C :

	<u>Ordre d'addition</u>	<u>Composant</u>	<u>Durée de broyage (g)</u>
	Premier	1	3-5 minutes
	Deuxième	2	2-3 minutes
	Troisième	3	2-3 minutes
5	Quatrième	5	5-6 minutes
10	Cinquième	6	5-6 minutes
	Sixième	4	13-15 minutes

(g) comprend le temps d'addition des ingrédients.

Un second lot d'isolant est composé comme suit, à partir des produits du Tableau I dans un mélangeur Baker-Perkins, à une température finale inférieure à environ 65,6°C.

	<u>Ordre d'addition</u>	<u>Composant</u>	<u>Durée de Mélange</u>
	Premier	1	10
	Deuxième	6	12
20	Troisième	4	12
	Quatrième	5	5
	Cinquième	2 et 3	15

Une fois chacun des lots mélangé et refroidi à température ambiante, il est stocké dans des sacs en polyéthylène pour éviter toute contamination.

Les composés ci-dessus, mis en oeuvre selon l'un des deux processus suivi d'une polymérisation à 152,7°C pendant trente minutes présentent les propriétés suivantes :

PROPRIETES PHYSIQUES

	<u>Mélange au stade laboratoire</u>	<u>Mélange au stade industriel</u>
--	-----------------------------------------	----------------------------------------

1. Propriétés de traction

(ASTM D.412-66 après

30 minutes à 152°C)

(i) Résistance finale à la traction
(bars)

Avec fibres

136,97

Contre fibres

101,69

(ii) Allongement final, pour cent

Avec fibres

30

Contre fibres

80

117,13

40

2. Dureté, Shore A

(ASTM D-314-28)

95

3. Densité g/cm³

1,378

1,362

L'élastomère polymérisé de cet exemple convient comme liant pour l'emploi avec des propergols pour moteurs-fusées contenant du polybutadiène à terminaison hydroxy ou carboxy. En raison de sa rigidité, il est avantageusement employé pour l'isolation de parois de moules ou, en raison de sa faible affinité pour de nombreux plastifiants, comme film barrière pour d'autres isolants.

On recommande, pour arriver à une meilleure solidarisation, une post-polymérisation de 10 heures à 121°C, suivie de sablage, puis d'un nettoyage au solvant (chloréthylène). Des applications spécifiques peuvent nécessiter une étude de la compatibilité de la liaison propergol/isolant.

Exemple 2

La formulation (Tableau II) et les processus suivants sont adaptés à la confection de matériaux élastomères selon l'invention pour l'isolation de moules de moteurs-fusées.

<u>TABLEAU II</u>			
<u>Composants</u>	<u>Ingrédients</u>	<u>phr</u>	<u>Poids pour cent</u>
1	Polyéthylène chlorosulfoné (a)	100	34,73
2	Oxyde de magnésium (b)	6	2,08
20 3	Amidon (c)	40	13,89
4	Flocons de coton (d)	40	13,89
5	Résine phénolique (e)	100	34,72
6	Hexasulfure de dipenta-méthylèneethiurium	2	0,69
25			100,00
	(a) Hypalon LD-999 de E. I. Dupont de Nemours		
	(b) Poudre activée, C. P. Hall Co.		
	(c) Amidon de maïs, American Maize Products Co.		
	(d) Grade 4128 de Danberg Chemical Co.		
30	(e) Resinox RC 755 de Monsanto		
	(f) Sulfad de R. T. Vanderbilt ou Tetrone A de E. I. Dupont de Nemours.		

On prépare, à partir des composants du Tableau II, un lot d'élastomère isolant, sur un broyeur à rouleaux refroidi, à des températures inférieures à 93,3°C comme suit :

11

	<u>Ordre d'addition</u>	<u>Composant</u>	<u>Durée de broyage (g)</u>
	Premier	1	3--5 minutes
	Deuxième	2	2--3 minutes
	Troisième	6	2--3 minutes
5	Quatrième	3	5--6 minutes
	Cinquième	5	6--9 minutes
	Sixième	4	13--15 minutes

(g) comprend la durée d'addition des ingrédients.

Une fois ce lot mélangé et refroidi à température ambiante,
10 il est stocké dans des sacs en polyéthylène pour éviter toute contamination.

On obtient les propriétés suivantes avec les composés de cet exemple 2 polymérisés à une température de 152,7°C pendant 30 minutes :

15 Propriétés physiques

1. Propriétés de traction

(ASTM D-412-66 après 10 minutes à 171°C)

Mélangé au laboratoire

Résistance finale à la traction (bars)

20 avec fibres 193,67

Allongement final, pour cent

avec fibres 20

2. Dureté Shore A (ASTM D-314-28) 95

3. Densité (g/cm³) 1,306

25 L'élastomère polymérisé de cet exemple convient pour l'utilisation dans les moteurs-fusées avec des propergols à polybutadiène lié à terminaison hydroxy ou carboxy.

Du fait de sa rigidité, l'élastomère obtenu est utilisé pour l'isolation liée aux parois de moule ou comme isolant du conduit de soufflage. On recommande une post-polymérisation de 10 heures
30 à 121°C. Des applications spécifiques peuvent nécessiter des études de compatibilité propergol/liaison d'isolation.

Exemple 3

On utilise, pour la confection d'un matériau d'isolation
35 élastomère selon l'invention, la formulation donnée dans le Tableau III ci-après.

TABLEAU III

12

Poids

Composants	Ingrédients	phr	pour cent
1	EPDM (a)	100,00	51,95
2	2,5-diméthyl-2,5-di (t-		
5	butylperoxy) hexane (b)	2,5	1,30
3	Retardateur d'inflammation(c)	40,0	20,78
4	Oxyde d'antimoine (d)	20,0	10,39
5	Flocons de coton (e)	20,0	10,39
6	Polybutadiène linéaire (f)	10,0	5,19
10	(a) Nordel 1040 de E. I. Dupont	100.0	
	(b) Varox de R. T. Vanderbilt		
	(c) Dechlorane Plus 515 de Hooker Chemical		
	(d) Mil-A-51312, Harshaw Chemical Co.		
	(e) Grade 4128 de Danberg Chemical Company		
15	(f) Butarez N. F. de Phillips Petroleum Co.		

On compose, comme suit, à partir des composants du Tableau III un premier lot de précurseur d'isolation, à des températures inférieures à 121°C, sur un broyeur à rouleaux refroidi :

	<u>Ordre d'addition</u>	<u>Composant</u>	<u>Durée de broyage (g)</u>
20	Premier	1	1—3 minutes
	Deuxième	2	2—3 minutes
	Troisième	3	10—12 minutes
	Quatrième	4	5—6 minutes
	Cinquième	6	6—9 minutes
25	Sixième	5	13—15 minutes

(g) comprend la durée d'addition des ingrédients.

On compose comme suit un second lot dans un mélangeur Baker Perkins, à partir des composants du Tableau III, à températures inférieures à 121°C.

30	<u>Ordre d'addition</u>	<u>Composant</u>	<u>Durée du mélange (Minimum)</u>
	Premier	1	10 minutes
	Deuxième	3	15 minutes
	Troisième	4	5 minutes
	Quatrième	6	jusqu'à bonne incorporation
35	Cinquième (1)	5	16 minutes
	Sixième	2	15 minutes

(1) les flocons de coton peuvent être ajoutés par petites quantités pour faciliter leur incorporation dans le mélange.

On obtient les propriétés physiques suivantes en polymérisant l'un des composés de cet exemple 3 à une température de 171°C pendant 30 minutes.

Propriétés physiques

- 5 1. Propriétés de traction
(ASTM D-412-66 après 10 minutes à 171°C) Mélangé au laboratoire
- Résistance finale à la traction
(bars) 33,347
- 10 Avec fibres
Allongement final, pour cent 63
- Avec fibres 70
2. Dureté, Shore A (ASTM D-314-28) 1,143
3. Densité (g/cm³)

- 15 L'élastomère polymérisé selon cet exemple peut être utilisé pour des flotteurs, le doublage de moules ou des matériaux d'isolation pour moteurs-fusées. On recommande une post-polymérisation de 10 heures à 121°C. Des applications spécifiques peuvent nécessiter une étude de compatibilité avec des formulations de propergol.
- 20 On peut employer, pour l'adhésion à l'acier ou à l'élastomère polymérisé lui-même, des adhésifs à base d'époxy et des adhésifs à base de polybutadiène. On peut de plus, dans ce cas, utiliser comme liant l'élastomère non polymérisé.

Exemple 4

- 25 La formulation suivante (TABLEAU IV) et les procédés suivants conviennent à la confection d'un matériau d'isolation élastomère selon l'invention.

		<u>TABLEAU IV</u>	
<u>Composant</u>	<u>Ingrédients</u>	<u>phr</u>	<u>Poids pour cent</u>
1	EPDM (a)	100,0	57,971
2	2,5 diméthyl-2,5 -di(t-butylperoxy) hexane (b)	2,5	1,449
3	Flocons de coton (c)	50,00	28,986
4	Silice hydratée (d)	20,00	<u>11,594</u>
			100,00

- 35 (a) Nordel 1040 Dupont
(b) Varox de R. T. Vanderbilt

(c) Grade 4128 de Danberg Chemical Co.

(d) HiSil 233 de PPG Industries, Inc.

On prépare un premier lot à partir des composants du Tableau IV sur un broyeur à rouleaux refroidi (Farrel Differential Roll Mill) à des températures inférieures à 93,3°C :

	<u>Ordre d'addition</u>	<u>Composant</u>	<u>Durée de broyage (g)</u>
	Premier	1	1--3 minutes
	Second	2	2--3 minutes
	Troisième	3	10--12 minutes
5	Quatrième	4	13--15 minutes

(g) comprend la durée d'addition des ingrédients.

On prépare un second lot à partir des composants du Tableau IV dans un mélangeur Baker Perkins, à une température finale inférieure à 93,3°C.

	<u>Ordre d'addition</u>	<u>Composant</u>	<u>Durée de mélange minimum</u>
	Premier	1	10 minutes
	Deuxième (1)	3	12 minutes
	Troisième (1)	4	30 minutes
	Quatrième	2	15 minutes

20 (1) le HiSil 233 et les flocons de coton sont ajoutés peu à peu pour faciliter leur incorporation dans le mélange.

On obtient les propriétés physiques suivantes en polymérisant l'un des composés de l'exemple 4 à des températures d'environ 171°C pendant 30 minutes .

25 Propriétés physiques

1. Propriétés de traction

(ASTM D-412-66 après 30 minutes à 171°C)

Mélangé au
Laboratoire

	Résistance finale à la traction (bars)	44,23
30	avec fibres	
	contre fibres	
	Allongement final, pour cent	40
	avec fibres	
	contre fibres	
35	2. Dureté, Shore A (ASTM D-314-28) ..	80
	3. Densité (g/cm ³)	1,060

L'élastomère polymérisé de ce exemple peut être utilisé comme flotteur, doublure de moule ou matériau d'isolation pour des moules de moteurs-fusées. On peut utiliser, avec cet élastomère, à la fois les propergols à polybutadiène lié à terminaison hydroxy que ceux à terminaison carboxy. Parmi les adhésifs convenant à la liaison de l'élastomère à l'acier ou à lui-même on peut citer les époxy et les adhésifs à base de Butarez CTL. La formulation se lie à elle-même pendant la polymérisation. On recommande, avant la mise au contact du propergol, une post-polymérisation de 10 heures à 121°C. Des formulations spécifiques de propergol peuvent nécessiter des études de compatibilité de la liaison isolant/propergol.

Résultats d'essais

Le Tableau V ci-après illustre les résultats que l'on peut obtenir à partir de matériaux élastomères polymérisés fabriqués selon l'invention et de compositions de la technique antérieure. contenant de l'amiante.

Dans le Tableau V, la formulation A est obtenue selon les processus de l'exemple 3, la formulation B selon ceux de l'exemple 4, la formulation C selon ceux de l'exemple 2 et la formulation D selon ceux de l'exemple 1. Les formulations E à H correspondent à des matériaux élastomères classiques utilisés dans les moules de moteurs-fusées et contenant de l'amiante.

TABLEAU V
PROPRIETES D'EROSION, PROPRIETES MECANIKQUES ET THERMIQUES, DENSITE DES ISOLANTS
SELON LES EXEMPLES, COMPOSES A CELLES D'ISOLANTS CONTENANT DE L'AMIANTE

Ingrédients, phr	A	B	C	D	E	F	G	H
EPDM (a)	100,0	100,0			100,0	100,0	100,0	
2,5 - diméthyl-2,5 (di-t-butyl- peroxy)-hexane (b)	2,5	2,5			2,5	2,5	7,5	
Retardateur d'inflammation (c)	40,0				40,0	40,0		
Oxyde d'antimoine	20,0				20,0	20,0		
Polybutadiène (d)	10,0					10,0		
Flocons de coton	20,0	50,0	40,0	50,0				
Silice (e)		20,0	100,0	20,0				
Polyéthylène chlorosulfoné (f)			6,0	100,0				
Magnésie			40,0	6,0				
Amidon				40,0				
Hexasulfure de dipentaméthylène thiurum (g)			2,0	2,0				
Résine Phénolique (h)			100,0		20,0	20,0	100,0	100,0 300,0
Amiante								
Résine Phénolique								
Feutre d'amiante								
Polybutadiène (j)							10,0	
Erosion/ Decomposition, mm/sec								
0,0168 bars/sec	0,254	0,2159	0,1778	0,254	0,2794	0,3048		0,1778
0,0097 bars/sec	0,3302	0,228- 02794	0,127	0,330	0,2794	0,355		0,9724
10,27 bars/sec	1,016	10,16	0,4572	1,5748	1,4224	-	0,7112	0,7112

Propriétés mécaniques

(25°C, 50,8 cm/min Tête X)

m, %	63	40	20	30	63	284	29	
m, bars	33,34	44,23	186,719	136,97	24,80	31,35	157,02	2620
Densité, g/cm ³	1,143	1,071	1,265	1,362		1,184	1,273	1,688
Dureté Rex	70	80	95	95	80	75	85	100

Propriétés thermiquesExpansion,cm/cm deg C x 10⁻⁵

0	-13,5	-14,3	-16,5	-15,16	-----	-12,72	-----	-----
1	- 3,83	- 4,16	- 9,6	- 8,5	- 4,4	- 2,6	-----	- 2,7

17

Conductivité

W/M°C	0,225	0,173	0,19	0,2596	0,2249	0,9077	0,346	0,227-0,519
Tg deg C	-58,8	-52,2	-16,1	-10		-57,8		25

* Appareil de 5,08 cm

- (a) Nordel 1040^(R)
 (b) Varox^(R)
 (c) Dechlorane Plus^(R)
 (d) Butarez N^(R)
 (e) HiSil 233^(R)

** Moteur d'essai, de 15,24 cm

- (f) Hypalon LD-99g^(R)
 (g) Sulfads^(R)
 (h) Resinox RC 75^(R)
 (i) Plastibest 20^(R)
 (j) Butarez CTL II^(R)

Le Tableau VI rassemble les propriétés des élastomères obtenus selon les processus de l'exemple 3 comparativement à des matériaux analogues contenant de l'amiante. Les formulations rassemblées dans le Tableau VI, c'est-à-dire A1, A2, A3, A4, A5
5 et A6 sont des variantes des formulations A du Tableau V.

TABLEAU VI

Ingrédient, phr	A1	E1	A2	A3	A4	A5	E2	A6
EPDM (a)	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
2,5-diméthyl-2,5-(di-t-butyl- peroxy hexane) (b)	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	7,5	2,5	2,5
Sisal, fibres de 635 mm	20,0	---	---	80,0	---	---	---	---
Flocons de coton	---	---	20,0	---	20,0	20,0	---	---
Oxyde d'antimoine	20,0	20,0	20,0	20,0	20,0	20,0	20,0	20,0
Retardateur d'inflam-	---	---	---	---	---	---	---	---
tion (c)	40,0	40,0	40,0	40,0	40,0	40,0	40,0	40,0
Polybutadiène (d)	10,0	10,0	10,0	---	---	10,0	---	10,0
Amiante	---	20,0	---	---	---	---	20,0	---
Flocons de coton + A-172	---	---	---	---	---	---	---	---
(agent de couplage silane)	---	---	---	---	---	---	---	20,0 16
Erosion/Décomposition (mm/sec)	0,2794	0,3048	0,254	0,3556	0,4318	0,190	0,2794	0,2286
Propriétés mécaniques (25°C, 50,8 cm/min, Tête X)								
m, %	40	284	63	20	60	40	63	73
m, bars	21,56	31,35	33,35	69,08	27,73	60,49	24,80	40,79
(a) Nordel 1040 (R)								
(b) Varox (R)								
(c) Dechlorane Plus (R)								
(d) Butarez NF (R)								

Le Tableau VII rassemble les propriétés d'élastomères obtenus selon les processus de l'exemple 4. Les formulations rassemblées dans le Tableau VII, c'est-à-dire B1, B2, B3, B4 et B5 sont des variantes de la formulation B du Tableau V.

5	TABLEAU VII					
	<u>Ingrédient, phr</u>	<u>B1</u>	<u>B2</u>	<u>B3</u>	<u>B4</u>	<u>B5</u>
	EPDM (a)	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
	2,5 diméthyl-2,5 (dit-butylperoxy)					
10	hexane (b)	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5
	Silice (c)	35,0	35,0	20,0	20,0	40,0
	Flocons de coton	-----	-----	10,0	50,0	50,0
	Noir d'acétylène (100 % Comp.)	0,5	-----			
15	Di-béta-naphthyl-p-phé- nylènediamine sym (d)		3,0			
	Erosion/Décomposition (mm/sec)*	0,304	0,381	0,279	0,216	0,210
	<u>Propriétés mécaniques</u>					
20	(25°C, 50,8 cm/min Tête X)					
	m, %	845	1258	540	40	30
	m, bars	119,00	55,94	48,02	44,23	61,87
	*0,0168 bar/sec					
	(a) Nordel 1040 ^(R)					
25	(b) Varox ^(R)					
	(c) HiSil 233 ^(R)					
	(d) Agerite White ^(R)					

Le Tableau VIII rassemble les propriétés d'élastomères obtenus selon l'exemple 2 comparativement à des compositions analogues renfermant de l'amiante. Les formulations rassemblées dans le Tableau VIII, c'est-à-dire C1, C2, C3, C4, C5 et C6 sont des variantes de la formulation C du Tableau V.

TABLEAU VIII

Ingrédient, phr	C1	C2	C3	C4	C5	C6	G	E	H
Polyéthylène chlorosulfoné (a)	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0			
Magnésie	6,0	4,0	6,0	6,0	6,0	6,0			
Hexasulfure de Dipentaméthylène thiurum (b)	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0			
Amidon de maïs	40,0	10,0	40,0	100,0	40,0	40,0			
Flocons de coton	40,0	----	40,0	40,0	100,0	----			
Résine phénolique (c)	100,0	----	60,0	60,0	60,0	100,0			
Sisal, fibres de 6,35 mm						40,0			
EPDM (d)							100,0	100,0	
2,5 diméthyl-2,5-di (t-butylperoxy) hexane (e)							7,5	2,5	
Amiante							100,0	20,0	
Polybutadiène linéaire (f)							10,0	----	
Oxyde d'antimoine								20,0	
Retardateur d'inflammation (g)									40,0
Feutre d'amiante									300
Résine phénolique									100
Erosion/Décomposition									
Taux, mm/sec à 0,0168 bars/sec	0,170	----	0,203	0,183	0,228	0,305	----	0,279	0,178
Propriétés mécaniques (25°C, 50,8 cm/mm, Tête X)									
m, %	20	475	50	10	10	10	29	63	1,15
m, bars	193,68	207,11	135,87	167,15	215,79	207,94	157,02	24,80	3 100,5

- (a) Hypalon LD-999^(R) 22
(b) Tetron A^(R)
(c) Resinox 755^(R)
(d) Nordel 1040^(R)
(e) Varox^(R)
(f) Butarez CTL II^(R)
(g) Dechlorane Plus^(R)

5

10

Le Tableau IX rassemble les résultats d'essais d'absorption de plastifiants par des élastomères selon l'invention comparative-ment à des formulations analogues contenant de l'amiante ; les formulations A, B, C, D et F se trouvent dans le Tableau V.

TABLEAU IX
Absorption de plastifiant après 120 heures pour cent

Isolant	Temp. d'essai, °C	Augmentation de polarité			
		(1) CLO	(2) IDP	(3) DOA	(4) 3GH
F	25,0	67	119	10	42
	62,7	192	130	34	60
A	25,0	95	88	-1,7	15
	62,7	124	182	-2,7	57
B	25,0	62	68	4	23
	62,7	125	86	8	43
C	25		4		5
	62,7		16		22
D	25,0	1.5	7	8	9
	62,7	9	21	28	29

- (1) Huile légère Circo^(R)
 (2) Pélargonate d'isodécyl
 (3) Adipate de dioctyl
 (4) Flexol 3 GH^(R)

Le Tableau X rassemble les résultats du liage de matériaux élastomères selon l'invention (A, B, C et D du Tableau V) en présence et en l'absence de A-128, matériau de doublage préparé comme dans l'exemple 5 (Tableau XIII) à une composition standard de propergol contenant, comme liant, un polybutadiène terminé par un hydroxy. On donne également les résultats de liage de la composition H (Tableau V).

TABLEAU X

10	Système d'isolation	Température d'Essai °C	Résistance à la traction du liage (bars)		
			≠ 1	≠ 2	≠ 3
	D	- 54	24,32 (CP)	28,45 (CP)	28,66 (CP)
		25	3,03 (M)	1,24 (A)	3,03 (M)
		73,8	1,44 (A)	1,309 (A)	0,689 (A)
15	D + A - 128	- 54	33,69 (CP)	26,25 (CP)	-----
		25	6,54 (CP)	5,30 (CP)	7,37 (CP)
		73,8	4,54 (CP)	4,48 (CP)	4,75 (CP)
	A	- 54	32,72 (CP)	38,99 (CP)	33,69 (CP)
		25	6,13 (CP)	6,89 (CP)	6,47 (CP)
		73,8	5,58 (CP)	5,10 (CP)	4,75 (CP)
20	A + A - 128	- 54	33,41 (CP)	26,04 (CP)	-----
		25	8,90 (CP)	8,06 (CP)	7,37 (CP)
		73,8	4,68 (M)	5,85 (CP)	4,82 (M)
	C	- 54	19,84 (A)	18,46 (A)	-----
		25	1,378 (A)	0,758 (A)	1,24 (A)
		73,8	-----	0,689 (A)	0,344 (A)
25	C + A - 128	- 54	38,51 (CP)	33,28 (CP)	38,03 (CP)
		25	4,82 (CP)	7,58 (CP)	7,23 (CP)
		73,8	4,61 (CP)	5,92 (CP)	4,48 (CP)
	D	- 54	24,66 (A)	27,69 (A)	19,43 (A)
		25	1,65 (A)	1,93 (A)	2,96 (A)
		73,8	1,86 (A)	-----	1,86 (A)
30	D + A - 128	- 54	36,79 (CP)	33,41 (CP)	38,92 (CP)
		25	6,96 (CP)	6,96 (CP)	6,75 (CP)
		73,8	4,90 (CP)	4,68 (CP)	4,75 (CP)
	H	- 54	29,21 (M)	35,83 (M)	-----
		25	6,75	6,13	6,96
		73,8	4,89 (M)	5,10 (M)	5,10 (M)

25

A = Manque d'adhésivité dans la liaison

CP = Manque de cohésion dans le propergol

M = Manque à la fois dans la liaison et dans le propergol

Exemple 5 :

Cet exemple illustre l'utilisation de compositions élastomères selon l'invention dans l'application spécifique de doublage allégeant les contraintes (SRL) pour des propergols en grains à combustion terminale ou à combustion interne à fortes contraintes. Le principe du SRL est la rupture des contraintes normales pour les grains de propergol liés au moule dans un moteur-fusée, en petites colonnes de contraintes qui supportent de façon indépendante une contrainte triaxiale ce qui réduit les domaines contrainte -déformation dans les grains de propergol.

Un SRL a cinq composants. Ces composants sont un isolant, un matériau en colonne (c'est-à-dire allégeant les contraintes), une feuille de séparation, une barrière de migration et un matériau de doublage destiné à promouvoir la liaison entre le propergol et les matériaux isolants. De façon typique, les colonnes sont dimensionnées pour donner entre environ 30 et 80 pour cent de surface non liée, le nombre, la taille et le placement étant déterminés par des analyses de contrainte des grains qui doivent être supportés par le SRL.

En allant de la paroi du moule au propergol, le SRL de cet exemple comprend (a) un premier isolant, (b) soit un matériau en colonne, soit une feuille de séparation, (c) un second isolant, (d) une barrière antimigration et (e) un matériau de doublage. Le matériau en colonne a l'allure d'un disque. Le premier et le second isolant contiennent le matériau formulé dans l'exemple 4 ; cette formulation est modifiée pour donner un matériau en colonne tendre à partir des données du Tableau XI ci-après.

TABLEAU XI

COMPOSITIONS VISANT A REALISER DES MATERIAUX EN COLONNE

RESULTANT DE MODIFICATIONS DES COMPOSITIONS DE L'EXEMPLE 4

Ingrédients,phr	Exemple	4A	4B	4C	4D
Nordel 1040 (EPDM)	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
Varox	2,5	2,5	2,0	2,0	2,0
Flocons de coton	50,0	10,0	10,0	10,0	10,0
HiSil 233	20,0	20,0	20,0	15,0	10,0
Butarez NF	-----	-----	20,0	20,0	20,0

Propriétés mécaniques

(50,8 cm/min. Tête X 25°C)

Parallèle aux fibres

	m, %	40	540	680	700	640
5	m, bars	44,23	48,02	33,96	27,90	30,59

Perpendiculaire aux fibres

	m, %	----	-----	650	690	680
	m, bars	----	----	30,52	27,90	30,45

Les essais des matériaux du Tableau XI ont permis la
 10 sélection de la composition 4D pour le matériau de la colonne
 support.

La feuille de séparation est réalisée en élastomère de
 silicone (Cohrlastic^(R) 9360, disponible chez Connecticut Hard
 Rubber Company). Le Cohrlastic peut varier en épaisseur selon
 15 les exigences posées au SFL, mais le domaine type va d'environ
 0,1524 à 0,635 centimètre par exemple 0,480 cm.

On a examiné deux matériaux pour réaliser la barrière
 anti-migration. Il s'agit d'une composition préparée selon l'exem-
 ple 1 et du Tuftane TF-310, polyester-polyurethane de B. F.
 20 Goodrich. Les essais montrent que ces matériaux fonctionnent
 essentiellement comme barrière anti-migration.

Le matériau de doublage est une composition telle que
 celle donnée dans le Tableau XII ci-après :

TABLEAU XII

25 COMPOSITION DU MATERIAU DE DOUBLAGE A-128A

	Ingrédient	Poids. %
	Lot maître	77,00
	R-45 M (a) 65,00	
	Noir de carbone	
30	(FEF) 35,00	
	HX-868 (b)	1,50
	A. O. 2246 (c)	0,15
	R-45 M/TDI *(d)	21,35

* Médiateur du polymère pour donner un rapport NCO : OH équivalent
 35 à 2

(a) Polybutadiène à terminaison hydroxy, Arco Chemical

- (b) catalyseur de liage, 3-M Company
 (c) antioxydant, American Cyanamid
 (d) mélange de (a) et de toluène diisocynate de E. I. Dupont de Nemours.

5 Le Tableau XIII rassemble les résultats obtenus en utilisant le A-128 avec les compositions élastomères des exemples 1 et 4 comme mentionné ci-avant dans l'exemple 5.

TABLEAU XIII

LIAGE ENTRE LE DOUBLAGE AVEC A-128 A ET

10 LE PROPERGOL MG-819 (LCA-9843)*

	<u>Température d'essai, °C</u>	<u>Résistance à la traction du liage</u>			<u>Pelage, 90 degrés</u>
		<u>bars</u>			<u>pli **</u>
		<u>1</u>	<u>2</u>	<u>3</u>	
	- 54	44,23 ^(a)	39,13 ^(b)	99,42 ^(b)	85 ^(b)
15	25	12,19 ^(b)	9,64 ^(a)	12,19 ^(b)	5 à 6 ^(b)
	73,8	5,65 ^(a)	9,51 ^(b)	6,54 ^(a)	3,8 ^(b)

* 88 % de matière solide avec 20 % d'Al

** 0,508 cm/min Tête X

(a) Défectueux surtout dans le doublage

20 (b) Défectueux dans le propergol

Moteur SRL, 15,24 cm

Afin de vérifier la possibilité d'application du système SRL sans amiante ci-avant à des moteurs à propergol adhérant à combustion terminale, on a fabriqué et essayé des moteurs d'essais

25 de 15,24 cm. La fabrication comportait le doublage d'un moteur d'essai de 15,24 cm avec le système SRL. Le procédé de formation du SRL est donné dans le Tableau XIV. Une fois le SRL disposé dans le moule, le film-barrière (composition de l'exemple 1) est doublé avec A-128 A (Tableau XII) à une épaisseur entre 0,254 et 0,381 mm.

30 On effectue ce doublage en pulvérisant l'intérieur du SRL avec le A-128 A dilué avec du chloréthane (2 à 1 en volume). Après placage du doublage pendant deux heures minimum à 62,77°C, on coule sous vide, dans le moule isolé avec le SRL, un propergol particulier ; le propergol solide coulé est polymérisé 96 heures à 62,77 °C.

35 Après polymérisation et refroidissement à 25 °C, on a essayé de ventiler le système SRL ; mais le SRL avait une longueur de 99,21 cm alors que le solide n'avait qu'une longueur de 22,86 cm, c qui

laissait donc plus de 2,54 cm de SRL dépassant les extrémités du solide. Le retrait du solide n'était pas suffisant pour séparer les extrémités dépassant du SRL et effectuer la ventilation.

On a essayé de refroidir à -40°C pour provoquer un retrait suffisant mais ceci s'est également révélé inefficace. Finalement, on a découpé des entailles radiales dans la couche isolante du SRL, en descendant vers la feuille de séparation ; les entailles (6,35 mm x 5,08 cm) étaient situées approximativement à 6,35 mm de l'extrémité arrière du solide et à 12,7 mm de son extrémité avant ; elles étaient espacées radialement d'environ 2,54 cm ; l'opération d'entaillage a permis la ventilation désirée. On peut facilement faire passer de l'azote sec à travers le SRL (d'arrière en avant) à 1,0342 bars.

Après passage aux rayons X du solide pour en détecter les défauts, on inhibe l'extrémité arrière avec une couche de 9,52 mm d'inhibiteur (Cf. Tableau XV) que l'on laisse polymériser toute une nuit (16 heures) à 25°C . On attache à la surface arrière du solide un disque allumeur de 25 g contenant 25 g de substance pyrotechnique puis l'assemblage du moteur est terminé en fixant la tête avant et la base au moteur.

Un examen postérieur à la mise à feu révèle une destruction uniforme sur l'inhibiteur à l'arrière. L'isolation restait intacte, sur les colonnes et la feuille de séparation, même à l'extrémité arrière de la couche de SRL.

TABLEAU XIV

PROCESSUS DE FORMATION DE SRL DANS UN MOTEUR D'ESSAI DE 15,24 CM

1. Sabler l'intérieur d'un moule de moteur - Nettoyage au 1,1,1,- Trichloroéthane
2. Passer une couche primaire de Chemlok 233
3. Porter le Chemlok 233 pendant au moins 30 minutes à 25°C
4. Entourer le mandrin gonflable d'une couche de 0,762 cm d'une composition préparée selon l'exemple 4
5. Faire passer à froid la couche de l'étape 4 à l'intérieur du moule de moteur en utilisant dans la vessie une pression d'azote de 6,8948 bars
6. Placer la couche de séparation perforée en silicone sur la couche de l'étape 5

7. Remplir les perforations de la couche de séparation avec des disques de la composition 4D (Tableau IX) (disques de 1,27 cm de diamètre et de 0,508 cm d'épaisseur)
8. Entourer le mandrin gonflable d'une couche de 0,812 mm d'épais-
- 5 seur de la composition de l'exemple 1 puis de deux couches de 0,635 mm d'épaisseur de la composition de l'exemple 4
9. Placer la vessie ainsi entourée dans le moule du moteur ; appliquer une pression d'azote de 6,8948 bars.
10. Polymériser sous pression pendant 2 heures et demi à 177°C.
- 10 11. Enlever le mandrin
12. Sabler la couche intérieure 8 préparée avec la composition de l'exemple 1
13. Polymériser 9 heures à 121°C

TABLEAU XV

COMPOSITION ET PROPRIÉTÉ DE L'INHIBITEUR

15

COMPOSITION ET PROPRIETE DE L'INHIBITEUR

Ingrédient	phr	Poids, %
R-45 M ^(a)	100,000	29,795
IDP (Isodécyl Pelargonate) ^(b)	25,000	7,449
20 Mannitol	200,000	59,591
HX-868 ^(c)	2,500	0,745
HMDI ^(d)	6,600	1,966
A. O. 2246 ^(e)	1,500	0,447
FeAA ^(f)	0,025*	0,007
25		100,000

Propriétés mécaniques			
Température d'essai	m, %	m, bars	E, bars
-54 °C	144	38,44	119,19
-42,77°C	127	24,94	87,50
30 25°C	107	6,06	20,94
76°C	51	5,30	17,50
T _g -46°C			
Expansion thermique, in./in./°C		21,7 x 10 ⁻⁵	

- 35 * La teneur en FeAA peut être réglée pour maintenir la teneur du produit

- (a) Polybutadiène à terminaison hydroxy de Arco Chemical and Co
- (b) Plastifiant de Emery Industries
- (c) Agent de liage, 3-M Company
- (d) Isocyanate de Mobby Chemical Company
- 5 (e) Antioxydant d'American Cyanamid
- (f) Acétyl acétonate ferrique

PARTIE EXPERIMENTALE

Les propriétés mécaniques uniaxiales des isolants de l'exemple 5 ont été déterminées selon la méthode A S T M D412-68.

10 Les essais ont été effectués sur un dynamomètre Instron Tensile Tester, avec une vitesse de 50,8 cm/minute. Les propriétés mécaniques du propergol ont été déterminées sur des échantillons type Classe "C" d'une longueur effective de 6,86 cm ; les températures d'essai et les taux de déformation variaient selon le

15 spectre de réponse durée-température.

Des essais dynamométriques triaxiaux ont été effectués en utilisant des échantillons de 10,16 cm. Ces échantillons avaient un diamètre de colonne de 1,27 cm sur 0,477 cm de long. La surface de la colonne était maintenue à 50 % de la surface

20 totale de liaison SRL. Les essais étaient effectués à deux températures et taux de déformation différents pour fournir des données sur l'analyse de la contrainte.

Les données de liaison de traction et de pelage à 90°C étaient obtenues en tirant les spécimens convenables sur un dynamomètre Instron à des vitesses de 0,508 cm/min.

25

Les échantillons étaient des échantillons triaxiaux de 3,81 cm de diamètre (boutons) contenant des couches d'isolant et de propergol. Les échantillons de pelage étaient des blocs de propergol de 2,54 cm de large (2,54 x 2,54 x 7,62 cm), l'isolant étant lié à l'une des faces. Le liage était effectué par coulage

30 et polymérisation du propergol sur des panneaux renforcés en verre doublés (avec A. 128 A) (15,94 x 15,24 cm) d'isolants.

- REVENDICATIONS -

1- Matériau d'isolation élastomère exempt d'amiante pour
moteur-fusée, renfermant un polymère élastomère réticulé et des
fibres organiques carbonisables, caractérisé en ce que les fibres
5 organiques sont des flocons de coton, du Sisal, ou une combinaison
de flocons de coton et de sisal et que la quantité de fibres orga-
niques se situe entre environ 10 et environ 100 parties en poids
pour 100 parties en poids de polymère élastomère.

2- Matériau d'isolation élastomère exempt d'amiante
10 selon la revendication 1, caractérisé en ce que la quantité de
fibres organiques se situe entre 15 et 75 parties en poids pour
100 parties en poids de polymère élastomère.

3- Matériau d'isolation selon la revendication 1, carac-
térisé en ce que les fibres organiques sont principalement des
15 flocons de coton.

4- Matériau d'isolation selon la revendication 3, carac-
térisé en ce qu'il renferme entre environ 20 et environ 60 parties
en poids de flocons de coton pour 100 parties en poids de polymère
élastomère.

20 5- Matériau d'isolation selon l'une quelconque des re-
vendications 1 à 4, caractérisé en ce que le polymère élastomère
est essentiellement constitué d'éthylène propylène diène (EPDM).

6- Matériau d'isolation selon l'une quelconque des
revendications 1 à 4, caractérisé en ce que le polymère élastomère
25 est essentiellement constitué de polyéthylène chlorosulfoné.

7- Matériau d'isolation selon l'une quelconque des re-
vendications précédentes, caractérisé en ce qu'il renferme entre
5 et 80 parties en poids de silice pour 100 parties en poids de
polymère élastomère.

30 8- Matériau d'isolation selon la revendication 1, carac-
térisé en ce qu'il renferme jusqu'à 30 parties en poids de silice
pour 100 parties en poids de polymère élastomère.

9- Matériau d'isolation selon la revendication 8, carac-
térisé en ce qu'il renferme jusqu'à 20 parties en poids de silice
35 pour 100 parties en poids de polymère élastomère quand la quantité
d fibres organiques n'est pas supérieure à 50 parties en poids

pour 100 parties en poids de polymère élastomère.

- 5 10- Matériau d'isolation selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'il renferme jusqu'à 60 parties en poids d'oxyde d'antimoine pour 100 parties en poids de polymère élastomère.

11- Matériau d'isolation selon la revendication 10, caractérisé en ce qu'il renferme entre 10 et 80 parties en poids d'un composé organique chloré pour 100 parties en poids de polymère élastomère.

- 10 12- Matériau d'isolation selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'il renferme jusqu'à 150 parties en poids d'une résine phénolique particulière pour 100 parties en poids de polymère élastomère.

- 15 13- Matériau d'isolation selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'il renferme jusqu'à 50 parties en poids de polybutadiène liquide.